

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-320214

(43)Date of publication of application : 24.11.1999

(51)Int.Cl.

B23B 27/14  
C23C 14/06  
C23C 14/14  
C23C 14/32  
C23C 28/04

(21)Application number : 11-063233

(71)Applicant : HITACHI TOOL ENG LTD

(22)Date of filing : 10.03.1999

(72)Inventor : IYORI YUSUKE

(30)Priority

Priority number : 10 84956 Priority date : 16.03.1998 Priority country : JP

(54) COVERED HARD TOOL

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a covered tool which can enhance the tight attachment, toughness, etc., of the oxide covering formed through a physical evaporation method and improve remarkably the tight attachment of a skin film containing oxygen.

SOLUTION: A covered hard tool is formed by forming a hard covering layer by the ion plating method and is based upon a super-hard alloy such as high-speed steel, super-hard alloy, thermet, wherein at least part of the covering layer is formed by alternately laminating the first layer expressed by  $(\text{Ti}_x\text{Al}_{1-x})\text{N}$ , where  $0.2 \leq x \leq 0.5$ , and the second layer expressed by  $(\text{Ti}_x\text{Al}_{1-x})\text{O}_y\text{N}_{1-y}$ , where  $0.5 \leq x \leq 0.7$  and  $0.01 \leq y \leq 0.5$ , and the second layer is configured so that the first layer in contact thereto is continued to the crystals.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 15.03.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 21.09.2001

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 2001-018833

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] 19.10.2001

[Date of extinction of right]

## \* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

## [Claim(s)]

[Claim 1] In the covering hard tool which uses as a base nature alloys of superhard, such as a high speed steel which comes to cover a hard enveloping layer in the ion plating method, cemented carbide, and a cermet Said a part of hard enveloping layer [ at least ] The first layer of N ( $Ti_xAl_{1-x}$ ) ( $0.2 \leq x \leq 0.5$ ), ( $Ti_xAl_{1-x}$ ) It is the covering hard tool characterized by this second layer having the continuity of the first touching layer and crystal by carrying out the laminating of the second layer of  $O_yN_{1-y}$  ( $0.5 \leq x \leq 0.7$ ,  $0.01 \leq y \leq 0.5$ ) by turns.

[Claim 2] The covering hard tool characterized by covering the oxide layer, the acid nitride layer, or acid carbon nitride layer of aluminum as an outermost layer in a covering hard tool according to claim 1.

[Claim 3] The covering hard tool characterized by the oxide layer, the acid nitride layer, or acid carbon nitride layer of aluminum of the outermost layer having the amorphous-like crystal structure in a covering hard tool according to claim 2.

[Claim 4] The covering hard tool characterized by the oxide layer, the acid nitride layer, or acid carbon nitride layer of aluminum of the outermost layer being a crystalline substance in a covering hard tool according to claim 2.

[Claim 5] The covering hard tool by which thickness of the second layer which carries out a laminating is characterized by 2nm or more being 100nm or less in claim 1 thru/or a covering hard tool given in 4 terms.

[Claim 6] The covering hard tool characterized by replacing a part of metal component of the first layer and/or the second layer in the range of 1 - 30 atom % by one sort of Si, Y, Nd, Sm, and Sc, or two sorts or more in a covering hard tool according to claim 1 to 5.

[Claim 7] The covering hard tool characterized by replacing the metal component of the outermost layer in the range of 1 - 30 atom % by one sort of Ti, Si, Y, Nd, Sm, and Sc, or two sorts or more in a covering hard tool according to claim 2 to 6.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

## DETAILED DESCRIPTION

## [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] the invention in this application — the oxidation resistance of a coat — excelling — a result — having excelled — abrasion resistance — having — covering — hard — a tool — being related .

[0002]

[Description of the Prior Art] Although coats, such as TiN and TiCN, were conventionally general-purpose and common as a coat of a covering tool, examination which adds aluminum is made so that it may be represented by JP,4-53642,B and JP,5-67705,B in recent years. It is the purpose that it is going to aim at the oxidation resistance of a coat and wear-resistant improvement by adding aluminum to a coat in these examination. However, the present condition is that sufficient oxidation resistance which can be equal to use is no longer acquired only by having increased, also when cutting speed tends to have accelerated further and the high degree-of-hardness steel after heat treatment was cut recently, and the edge-of-a-blade temperature of a tool having become an elevated temperature remarkably in such a case, and adding aluminum.

[0003] Although the proposal which covers TiAlON etc. in the outermost layer that oxidation resistance should be improved further on the other hand is also made (JP,7-328811,A), it has come to acquire oxidation resistance sufficient in the oxide of Ti and aluminum. Moreover, although the proposal (JP,9-192906,A) which covers an alumina in the outermost layer is also made, the adhesion of the alumina film in ion plating itself is weak, and since it is easy to exfoliate, in actual cutting, it exfoliates for impulse force, and it can be said that it is not yet satisfactory.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] According to research of this invention persons, in the TiAlN coat which added aluminum to Ti, the oxidation initiation temperature in the inside of atmospheric air improves to 450 degrees C of TiN, and it goes up at 750 degrees C - 900 degrees C with the increment in \*\*\*\*\* of aluminum. However, in the latest high speed cutting and high degree-of-hardness material cutting, edge-of-a-blade temperature cannot acquire sufficient cutting life only by there being often a case where 900 degrees C is exceeded, and adding aluminum. Therefore, also in such high speed cutting, it is long lasting, and in order to realize stable cutting, it is necessary to raise the oxidation resistance of a coat further.

[0005]

[Means for Solving the Problem] While this invention persons make the manifestation of damage sudden [ exfoliation of the film, disintegration, a micro chipping, etc. ] and fatal prevent And the result of having repeated research wholeheartedly about what it carrying out raising the oxidation resistance of a coat, While replacing with oxygen some nitrogen of the TiAlN layer which is the first layer, and the first layer, by carrying out the laminating of the second layer TiAlON which made the ratio of aluminum to Ti higher than the first layer by turns, and covering it, it came to check that oxidation resistance improves remarkably. Furthermore, it came to acquire further the knowledge that oxidation resistance improves, the oxidation resistance of each class improves and the oxidation resistance of the whole coat improves further by adding the component of Si or 3a group in the outermost layer, the first layer, and the second layer further, by covering an AlO layer in the outermost layer.

[0006]

[Function] When the mechanism of the oxidation by the TiAlN layer said for oxidation resistance to be excellent for an example was studied, since aluminum near the coat front face was spread in the outermost surface and formed the alumina there, it turned out that oxidation starts. Although formation of this alumina controls diffusion inside [ of oxygen ] a coat and makes oxidation resistance improve, the coat directly under an alumina formed in this case serves as Ti oxide of the rutile structure where aluminum does not exist as a result of spreading aluminum in the outermost surface. The oxide of this Ti exfoliates easily in porous one, and even if the alumina which functions as a barrier of the internal diffusion of oxygen with much trouble is formed in the outermost surface, oxidation-resistant improvement remarkable after all cannot be desired.

[0007] Then, if the second layer of TiAlON is made to intervene between the first layer of TiAlN and it is made a laminated structure Since the second layer of TiAlON which forms the outermost layer there functions as an obstruction of oxygen diffusion even if one layer of the first layer oxidizes like \*\*\*\* and exfoliates from the oxide layer of porous Ti, A result by which especially oxidation of a coat is sharply controlled in dynamic cutting is brought, and the longevity life stabilized in cutting is attained. Of course, while also cutting the TiAlON film, it wears out, but since the TiAlON film which is in a lower layer further functions similarly, it results in making the oxidation resistance of the whole coat improve sharply. Therefore, there are as much as possible many second AlO layers,

and it is possible by making five or more layers intervene preferably to attain the cutting life fully satisfied. [0008] when the second layer makes the continuity of the first layer and the crystal structure form, adhesion is boiled markedly, and improves and it stops moreover, generating the exfoliation under cutting It is \*\*\*\* to the main point of this invention to consider as the TiAlON layer which is got blocked, for example, has the fcc structure where the second layer is the same when the first layer is fcc structure. When the fcc crystal structure will be taken on the usual PVD covering conditions if an aluminum/Ti atomic ratio makes a TiAlN layer 7/3 or less, and this structure is taken, a clear reason shows a but comparatively good tool property unknown now, as known well. It is just going to be known well that hardness falls, so that stopping forming fcc structure when this atomic ratio's furthermore exceeds abbreviation 7/3, and this atomic ratio become small, and toughness improves, and that hardness will become high, so that an atomic ratio becomes high conversely, and oxidation resistance will improve. Furthermore, according to the result which artificers examined wholeheartedly, also when oxygen is added to TiAlN, it is checking that the almost same inclination is shown. Namely, by this atomic ratio serving as fcc structure or less by 7/3, oxidation resistance becomes good, so that this atomic ratio is high within the limits of 7/3 or less.

[0009] In order for the first layer to raise toughness as much as possible in the range which does not lose abrasion resistance, and for the second layer to raise oxidation resistance as much as possible, and to carry out the laminating of the first layer and second layer by turns and to protect exfoliation between film from the above knowledge moreover, it resulted in invention of making it the same fcc structure and giving the continuity of a crystal. Here, the aluminum/Ti ratio of the first layer TiAlN will become inadequate [ toughness ], if abrasion resistance falls to the main point of this invention by \*\*\*\* and less than 2/8 and setting it as the range of 2 / 8 - 5/5 exceeds 5/5. Moreover, the aluminum/Ti ratio of the second layer TiAlON does not serve as fcc structure, unless it will make it the ultra-thin film and a superstructure will be formed, if it becomes insufficient [ oxidation resistance ] to set it as the range of 5 / 5 - 7/3 at \*\*\*\* and less than 5/5 at the main point of this invention and it exceeds 7/3, and it cannot expect the continuity of a crystal. Moreover, it is because toughness cannot fall and practical use cannot be presented, if having set the amount of nitrogen purges of oxygen to 0.1-0.5 cannot discover oxidation resistance sufficient less than [ it ] but 0.5 is exceeded. It is because that it is easy to produce exfoliation cut by the result of an experiment when less than [ it ] was [ restricting one thickness thickness of the second layer to 2nm - 100nm ] inadequate as for the effectiveness as barrier of anti-oxidation and it was exceeded.

[0010] Furthermore, while raising the oxidation resistance in the early stages of cutting by giving an AIO layer to the outermost layer, the joining-proof nature to a workpiece also improves and the further reinforcement in cutting is possible. In this case, when the AIO layer of the outermost layer is the amorphous-like crystal structure, much more oxidation-resistant improvement is accepted. That is, since oxygen is diffused preferentially in a grain boundary, diffusion of oxygen is further controlled as it is an amorphous layer without a grain boundary, and it is thought that it is effective for improvement in anti-oxidation. Moreover, in order that the AIO layer itself may serve as hard and it may raise abrasion resistance somewhat although oxidation resistance deteriorates when the AIO layer of the outermost layer makes it crystalline substances, such as gamma, kappa, theta, and alpha, it is desirable to make crystal selection in an amorphous layer by the cutting application. The crystalline form of an AIO layer serves as amorphous one, gamma, theta and kappa, and an alpha structure from a low temperature side mainly depending on vacuum evaporation temperature. It is more desirable to use pulse bias to cover 100nm or more in the ion plating method, since an AIO layer is an insulating layer.

[0011] Furthermore, addition of the various third components was tried that the oxidation resistance of the first coat should be improved. Consequently, in addition of Si and 3a group metal of Y, Nd, Sm, and Sc, a result whose oxidation resistance of a coat improves remarkably was brought. These components became clear [ segregating to the grain boundary of the first coat, controlling diffusion of the oxygen in a grain boundary, and making the oxidation resistance of a coat improve ] at research of this invention persons. When the amount of permutations of the 3rd component was under 1 atom %, there was no effectiveness in oxidation-resistant improvement, and if it is made to contain exceeding 30 atom %, in order to degrade the abrasion resistance of a coat, it was made into one to 30 atom %. Hereafter, this invention is explained based on an example.

[0012]

[Example] Coating of the example of this invention and the example of a comparison was performed using three sorts of targets using the example 1 small arc ion plating system, and the KOTIDDO superhard end mill was made as an experiment. Coating conditions were set to bias voltage-300V and reagent-gas-pressure force  $4 \times 10^{-2}$  mbar. Since the total film thickness was set to 2.5micro, the total number of layerses in the whole coat differ in each example of this invention. The second layer and outermost layer formed membranes by introducing oxygen gas into an intermission. AIO which has not indicated the crystal structure among Table 1 is the thing of amorphous structure.

[0013]

[Table 1]

試料 番号		ターゲット			第一の層	第二の層	最外層
		ターゲット1	ターゲット2	ターゲット3			
本 発 明 例	1	Ti0.3Al0.7	Ti0.7Al0.3	—	TiAlN	TiAl(O 0.02 NO.98)	—
	2	〃	Ti0.6Al0.4	—	〃	TiAl(O 0.02 NO.98)	—
	3	〃	Ti0.5Al0.5	—	〃	TiAl(O 0.02 NO.98)	—
	4	Ti0.5Al0.5	Ti0.7Al0.3	—	〃	TiAl(O 0.10 NO.90)	—
	5	〃	Ti0.6Al0.4	—	〃	TiAl(O 0.10 NO.90)	—
	6	〃	Ti0.5Al0.5	—	〃	TiAl(O 0.10 NO.90)	—
	7	〃	Ti0.7Al0.3	Al	〃	TiAl(O 0.20 NO.80)	AlO
	8	〃	Ti0.6Al0.4	Al	〃	TiAl(O 0.50 NO.50)	AlO
	9	〃	Ti0.5Al0.5	Al	〃	TiAl(O 0.50 NO.50)	AlO
比 較 例	10	Ti0.1Al0.9	—	—	〃	—	—
	11	Ti0.9Al0.1	—	—	〃	—	—
	12	Ti0.5Al0.5	Ti0.5Al0.5	—	TiAlN	TiAl(O 0.60 NO.40)	—

[0014] Subsequently, the oxidation test was performed for 30 minutes at 1000 degrees C among atmospheric air, and oxidation layer thickness was measured. The result is also shown in Table 2. It cut until it performed the cutting test and broke in the following cutting conditions with the obtained end mill. The length of cut at the time of breakage occurring is written together to Table 2. The end mill was performed using the phi8mm six-sheet cutting edge in \*\* material SKD 11 (HRC60)-ed, cutting speed 40 m/min, the feed per revolution of 0.06mm / cutting edge, amount of slitting 12mmx0.8mm, and those (dry) without cutting oil.

[0015]

[Table 2]

Table 2

試料 番号	酸化層厚さ (nm)	折損切削長 (mm)	備考	
本 発 明 例	1	100	25.2	
	2	82	26.3	
	3	68	21.9	
	4	69	25.9	
	5	92	26.8	
	6	86	30.2	
	7	0	31.8	
	8	0	32.9	
	9	0	30.9	
比 較 例	10	530	1.8	
	11	1820	7.8	
	12	76	0.5	初期に皮膜が剥離したため中止

[0016] First, to oxidation resistance, by the sample which covered oxygen content or an oxide, although the nitride layer of the first layer was influenced of heat, it hardly oxidized, but Table 2 showed that the oxidation to the membranous inside hardly progressed. Moreover, in cutting of the hardened high degree-of-hardness material by the end mill, cutting heat and since [ if it rubbed and wear was made to act, ] membranous compactness would be maintained, abrasion resistance improved by leaps and bounds with three to 5 times.

[0017] The coat of the same example of this invention shown in example 2 example 1 and the example of a comparison was covered to the cemented carbide drill and the cemented carbide insertion, and the cutting test was performed on the conditions shown below. The diameter of a drill carries out punching processing of  $\phi 6$ mm (about [ JIS P30 ]), the \*\*ed material SCM 440 (annealed material) and cutting speed 100 m/min, feed-per-revolution 0.1 mm/rev, and a hole depth of 15mm, and shows the abrasion loss after 3000 hole cutting in Table 2. In the slow away insertion, the amount of flank wear after 10m cutting was measured. The cutting items of an insertion are chip configuration SEE42TN (about [ JIS P40 ] ) and \*\* material SKD 61 (HRC42)-ed, and are 1.5mm in beveling with a width [ of 100mm ] x die length of 250mm, cutting speed 150 m/min, the feed per revolution of 0.15m / cutting edge, and the amount of infeeds. The result is also shown in Table 3.

[0018]

[Table 3]

Table 3

試料 番号	ドリル摩耗量 (mm)	インサート摩耗量 (mm)	備考	
本 発 明 例	1	0.259	0.156	
	2	0.232	0.163	
	3	0.282	0.182	
	4	0.238	0.173	
	5	0.249	0.169	
	6	0.262	0.175	
	7	0.285	0.156	
	8	0.296	0.154	
	9	0.275	0.149	
比 較 例	10	0.395	0.420	
	11	0.386	0.386	
	12	0.51	0.50	初期に皮膜が剥離したため中止

[0019] clearer than Table 3 — as . It was checked that the example of this invention shows a drill and the tool life which was excellent in the insertion similarly. An end mill, a drill, and the insertion of an inclination are the same.

[0020] The cemented carbide end mill and cemented carbide insertion which covered the example of this invention were made using the example 3 small arc ion plating system. In alpha, in 790 degree-Cgamma, crystallization of the outermost layer formed membranes on 680-degree C covering conditions. Cutting evaluation was performed in the cutting conditions which showed the example of this invention, and the example of a comparison in the example 1 and the example 2, and the result was written together to Table 3. Moreover, an oxidation test is performed on condition that 1000 degrees C and 2-hour maintenance among atmospheric air, and the formed oxidation layer thickness is also shown in Table 4. In addition, the total thickness was set to 2.5 micrometers also in this example.

[0021]

[Table 4]

試料 番号		第一の層		第二の層		最外層		エントミル 切削長 (mm)	インサート 摩耗量 (mm)	酸化層 厚さ (nm)
		組成	厚さ (nm)	組成	厚さ (nm)	組成	厚さ (nm)			
本 発 明 例	13	Ti0.6Al0.4N	50	Ti0.4Al0.6 00.05N0.95	10	$\alpha$ AlO	30	35.9	0.088	290
	14	Ti0.6Al0.4N	50	Ti0.4Al0.6 00.05N0.95	10	$\gamma$ AlO	30	36.9	0.069	380
	15	Ti0.6Al0.4N	50	Ti0.4Al0.6 00.05N0.95	10	AlO	30	29.8	0.075	280
	16	Ti0.6Al0.4N	50	Ti0.4Al0.6 00.05N0.95	10	AlON	30	24.6	0.091	373
	17	Ti0.6Al0.4N	50	Ti0.4Al0.6 00.05N0.95	10	AlCON	30	23.9	0.092	390
	18	Ti0.6Al0.4N	50	Ti0.4Al0.6 00.05N0.95	10	AlON	30	22.8	0.095	420
比 較 例	19	Ti0.5Al0.5N	50	—		—		6.9	0.320	全皮膜 酸化
	20	Ti0.4Al0.6N	50	—		—		6.5	0.289	全皮膜 酸化
	21	Ti0.3Al0.7N	50	—		—		6.8	0.360	全皮膜 酸化

[0022] It is clear that multilayers' of the example of this invention the more excellent oxidation resistance and a cutting life are shown as shown in Table 4. As for oxidation resistance and a tool life, by making an oxide film placed between the interior, improving further is distinct.

[0023] The cemented carbide end mill which covered the example of this invention shown in Table 5 was created using the TiAlX alloy target containing the 3rd component X of the example 4 specified quantity, and the same oxidation test as the same cutting evaluation and the same example 3 as an example 1 was performed. Those results are written together to Table 4. In this case, the second layer was unified into AlO (2nm) of fcc, and the outermost layer was unified into the amorphous AlO layer.

[0024]

[Table 5]

試料 番号		第一の層		第二の層		最外層		エントリ 切削長 (m)	酸化層厚さ (nm)
		組成	厚さ (nm)	組成	厚さ (nm)	組成	厚さ (nm)		
本 発 明 例	22	Ti0.48Al0.48Si0.04 N	40	(Ti0.4Al0.6) (00.10Nd.90)	10	Al0	100	33.9	290
	23	Ti0.45Al0.45Si0.10 N	40					32.9	380
	24	Ti0.40Al0.40Si0.20 N	40					28.8	280
	25	Ti0.38Al0.38Si0.24 N	40					25.6	373
	26	Ti0.45Al0.45Nd0.10 N	40					22.9	390
	27	Ti0.40Al0.40Nd0.20 N	40					23.0	420
	28	Ti0.48Al0.48Y 0.04 N	40					31.5	290
	29	Ti0.45Al0.45Y 0.10 N	40					35.9	380
	30	Ti0.40Al0.40Sc0.20 N	40					30.2	280
	31	Ti0.38Al0.38Sc0.24 N	40					25.2	373
	32	Ti0.45Al0.45Sm0.10 N	40					24.6	390
	33	Ti0.40Al0.40Sm0.20 N	40					23.8	420
比 較 例	19	Ti0.5Al0.5	N 50	—		—		6.9	全皮膜酸化
	20	Ti0.4Al0.6	N 50	—		—		6.5	全皮膜酸化
	21	Ti0.3Al0.7	N 50	—		—		6.8	全皮膜酸化

[0025] It is more distinct than Table 4 that the 3rd component raises oxidation resistance and a cutting life further.  
[0026]

[Effect of the Invention] This invention by carrying out the laminating of the target with which aluminum contents differ, and the layer which is different in an oxygen content from a gas system Since an oxygen content can be made [ many ] by being used as a long lasting tool and changing the amount of aluminum especially when it has the outstanding oxidation resistance and uses as a cutting tool. It is applicable to the tool for precision plastic working by which cutting tools, such as the various tools by which abrasion resistance and thermal resistance are demanded, i.e., the chip for lathe turning, an end mill, a drill, and a broach, and abrasion resistance, and seizing resistance are demanded.

[Translation done.]



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-320214

(43) 公開日 平成11年(1999)11月24日

(51) Int.Cl. <sup>4</sup>	識別記号	F I	
B 2 3 B	27/14	B 2 3 B	27/14 A
C 2 3 C	14/06	C 2 3 C	14/06 P
	14/14		14/14 B
	14/32		14/32 Z
	28/04		28/04
審査請求 有 請求項の数 7 O L (全 7 頁)			

(21) 出願番号	特願平11-63233	(71) 出願人	000233066 日立ツール株式会社 東京都江東区東陽 4 丁目 1 番 13 号
(22) 出願日	平成11年(1999) 3 月 10 日	(72) 発明者	井 崎 裕 介 千葉県成田市新泉 13 番地の 2 日立ツール 株式会社成田工場内
(31) 優先権主張番号	特願平10-84956		
(32) 優先日	平10(1998) 3 月 16 日		
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		

(54) 【発明の名称】 被覆硬質工具

(57) 【要約】

【目的】 物理蒸着法における酸化物被覆の密着性、靱性等の問題点等を解決し、酸素を含有する皮膜の密着性を著しく改善した被覆工具を提供する。

【構成】 イオンプレーティング法において硬質被覆層を被覆してなる、ハイス、超硬合金、サーメット等の超硬質合金を基体とする被覆硬質工具において、前記硬質被覆層の少なくとも一部は、 $(Ti_x Al_{1-x})N$  ( $0.2 \leq x \leq 0.5$ ) の第一の層と、 $(Ti_x Al_{1-x})O_y N_{1-y}$  ( $0.5 \leq x \leq 0.7$ 、 $0.01 \leq y \leq 0.5$ ) の第二の層とを交互に積層させ、かつ該第二の層はその接する第一の層と結晶の連続性を保たせることにより構成する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 イオンプレーティング法において硬質被覆層を被覆してなる、ハイス、超硬合金、サーメット等の超硬質合金を基体とする被覆硬質工具において、前記硬質被覆層の少なくとも一部は、 $(Ti_xAl_{1-x})N$  ( $0.2 \leq x \leq 0.5$ ) の第一の層と、 $(Ti_xAl_{1-x})O_yNi_{1-y}$  ( $0.5 \leq x \leq 0.7$ ,  $0.01 \leq y \leq 0.5$ ) の第二の層とを交互に積層させ、かつ該第二の層はその接する第一の層と結晶の連続性を有することを特徴とする被覆硬質工具。

【請求項2】 請求項1記載の被覆硬質工具において、最外層としてAlの酸化物層、酸窒化物層もしくは酸炭窒化物層を被覆したことを特徴とする被覆硬質工具。

【請求項3】 請求項2記載の被覆硬質工具において、最外層のAlの酸化物層、酸窒化物層もしくは酸炭窒化物層がアモルファス状結晶構造を有することを特徴とする被覆硬質工具。

【請求項4】 請求項2記載の被覆硬質工具において、最外層のAlの酸化物層、酸窒化物層もしくは酸炭窒化物層が結晶質であることを特徴とする被覆硬質工具。

【請求項5】 請求項1乃至4項記載の被覆硬質工具において、積層する第二の層の厚さが2nm以上100nm以下であることを特徴とする被覆硬質工具。

【請求項6】 請求項1乃至5記載の被覆硬質工具において、第一の層及び／又は第二の層の金属成分の一部を1～30原子%の範囲でSi、Y、Nd、Sm、Scの1種もしくは2種以上で置き換えたことを特徴とする被覆硬質工具。

【請求項7】 請求項2乃至6記載の被覆硬質工具において、最外層の金属成分を1～30原子%の範囲でTi、Si、Y、Nd、Sm、Scの1種もしくは2種以上で置き換えたことを特徴とする被覆硬質工具。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、皮膜の耐酸化性に優れ、結果優れた耐摩耗性を有する被覆硬質工具に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 従来は被覆工具の皮膜としてはTiN、TiCN等の皮膜が汎用的かつ一般的であったが、近年、特公平4-53642号公報や特公平5-67705号公報に代表されるように、Alを添加する検討がなされている。これらの検討では皮膜にAlを添加することで皮膜の耐酸化性、耐摩耗性の向上を図ろうとするのがその目的である。しかしながら、最近では切削速度がさらに高速化する傾向にあり、また熱処理後の高硬度鋼を切削する場合も増えてきており、このような場合工具の刃先温度は著しく高温になり、単にAlを添加しただけでは使用に耐え得るだけの十分な耐酸化性は得られなくなっているのが現状である。

【0003】 一方さらに耐酸化性を向上すべく最外層にTiAlON等を被覆する提案もなされているが（特開平7-328811号公報）、TiとAlの酸化物では十分な耐酸化性を得るには至っていない。また、アルミナを最外層に被覆する提案（特開平9-192906号公報）もなされているが、イオンプレーティングにおけるアルミナ皮膜は密着性そのものが弱く、剥離し易いため実際の切削においては衝撃力のため剥離してしまい、いまだ満足のいくものではないといえる。

## 10 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 本発明者らの研究によればTiにAlを添加したTiAlN皮膜においては大気中での酸化開始温度はTiNの450℃に対し向上し、Alの添加量に増加に伴って750℃～900℃に上昇する。しかしながら最近の高速切削、高硬度材切削においては刃先温度は900℃を越える場合がしばしばあり単にAlを添加しただけでは十分な切削寿命を得ることができない。従って、このような高速切削においても、長寿命でかつ安定した切削を実現するためには、皮膜の耐酸化性をさらに高める必要がある。

20

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは膜の剥離、自融、マイクロチッピングなどの突発的、致命的な損傷の発現を防止させながら、かつ皮膜の耐酸化性を向上させるにはどうすれば良いかについて鋭意研究を重ねた結果、第一の層であるTiAlN層と第一の層の窒素の一部を酸素で置き換えるとともにTiに対するAlの比を第一の層よりも高くした第二の層TiAlONを交互に積層し被覆することにより、耐酸化性が著しく向上するということを確認するに至った。さらに、最外層にAlO層を被覆することにより一層耐酸化性は向上し、さらには最外層、第一の層、第二の層にSiや3a族の成分を添加することにより各層の耐酸化性が向上し、いっそう皮膜全体の耐酸化性が向上するという知見を得るに至った。

30

## 【0006】

【作用】 耐酸化性が優れると言われるTiAlN層を例に酸化のメカニズムを研究したところ、皮膜表面近傍のAlが最表面に拡散しそこでアルミナを形成することから酸化が始まることが分かった。このアルミナの形成は酸素の皮膜内部への拡散を抑制し耐酸化性を向上せしめるが、この場合形成されたアルミナ直下の皮膜はAlが最表面に拡散した結果Alの存在しないルチル構造のTi酸化物となる。このTiの酸化物はポーラスで容易に剥離し、折角酸素の内部拡散のバリエーとして機能するアルミナが最表面に形成されても、結局は著しい耐酸化性の向上は望めない。

50

【0007】 そこでTiAlNの第一の層の間にTiAlONの第二の層を介在させ積層構造にすると、第一の層の一つの層が上述のごとく酸化し、ポーラスなTiの

酸化物層から剥離してもそこで最表層を形成するTiAlONの第二の層が酸素拡散の障壁として機能するため、特に皮膜の酸化が動的な切削において大幅に抑制される結果となり、切削において安定した長寿命が達成される。勿論TiAlON膜も切削中に摩滅するが、さらに下層にあるTiAlON膜が同様に機能するため、皮膜全体の耐酸化性を大幅に向上せしめる結果となる。従って、第二のAlO層はできるだけ多く、好ましくは5層以上介在させることにより十分に満足される切削寿命を達成することが可能である。

【0008】また、第二の層は第一の層と結晶構造の連続性を形成せしめることにより、密着性は格段に向上し、切削中の剥離は発生しなくなる。つまり、たとえば第一の層がfcc構造である場合には第二の層は同様のfcc構造を有するTiAlON層とすることが本発明の主旨に叶う。よく知られているようにTiAlN層はAl/Ti原子比が7/3以下にすると通常のPVD被覆条件ではfcc結晶構造をとり、この構造をとると明確な理由は現在のところ不明だが比較的良好な工具特性を示す。さらに該原子比が略7/3を超えるとfcc構造を形成しなくなること、該原子比が小さくなるほど硬さが低下して靱性は向上すること、逆に原子比が高くなるほど、硬さは高くなり、かつ耐酸化性は向上することはよく知られているところである。さらに、発明者らの鋭意検討した結果によると、TiAlNに酸素を添加した場合もほぼ同様の傾向を示すことを確認している。すなわち該原子比が7/3以下ではfcc構造となり該原子比が7/3以下の範囲内で高いほど、耐酸化性は良好となる。

【0009】以上の知見より、第一の層は耐摩耗性を失わない範囲で出来るだけ靱性を高め、第二の層は出来るだけ耐酸化性を高め、且つ第一の層と第二の層を交互に積層して、しかも膜間の剥離を防ぐために同じfcc構造にして結晶の連続性を持たせるという発明に至った。ここで、第一の層TiAlNのAl/Ti比は2/8～5/5の範囲に設定することが本発明の主旨に叶い、2/8未満では耐摩耗性が低下し、5/5を超えると靱性が不十分となる。また、第二の層TiAlONのAl/Ti比は5/5～7/3の範囲に設定することが本発明の主旨に叶い、5/5未満では耐酸化性が不足となり、7/3を超えると極薄膜にして超格子構造を形成しない限りfcc構造とならず、結晶の連続性が期待できない。また酸素の窒素置換量を0.1～0.5としたのはそれ未満では十分な耐酸化性が発現できず、0.5を超えると靱性が低下して実用に供することが出来ないからである。第二の層の1つの厚み厚みを2nm～100nm

mに制限するのはそれ未満では耐酸化のバリアとしての効果が不十分で、それを超えると剥離が生じ易いことが実験の結果分かったからである。

【0010】さらに、最外層にAlO層を付与することにより、切削初期での耐酸化性を向上させるとともに、被加工物に対する耐溶着性も向上し、切削におけるさらなる長寿命化が可能である。この場合、最外層のAlO層がアモルファス状の結晶構造の場合、より一層の耐酸化性の向上が認められる。つまり、酸素は粒界で優先的に拡散するため、粒界のないアモルファス層であるで一層酸素の拡散が抑制され耐酸化の向上に効果的であると考えられる。また、最外層のAlO層が $\gamma$ 、 $\kappa$ 、 $\theta$ 、 $\alpha$ といった結晶質にした場合には多少耐酸化性は劣化するが、AlO層そのものが硬質となり、耐摩耗性を向上させるため、切削用途によりアモルファス層か、結晶選択することが好ましい。AlO層の結晶形態は蒸着温度に主に依存し、低温側からアモルファス、 $\gamma$ 、 $\theta$ 、 $\kappa$ 、 $\alpha$ 構造となる。AlO層は絶縁層であるため、イオンプレーティング法において100nm以上被覆したい場合には、パルスバイアスを用いるほうが好ましい。

【0011】さらに、第一の皮膜の耐酸化性を向上すべく、種々の第三成分の添加を試みた。その結果、Si及び3a族金属のY、Nd、Sm、Scの添加において、皮膜の耐酸化性が著しく向上する結果となった。これらの成分は第一の皮膜の結晶粒界に偏析し粒界での酸素の拡散を抑制し皮膜の耐酸化性を向上せしめることが本発明者らの研究で明らかとなった。第3成分の置換量は1原子%未満だと耐酸化性の向上に効果がなく、30原子%を超えて含有させると皮膜の耐摩耗性を劣化させるため1～30原子%とした。以下、実施例に基づいて本発明を説明する。

#### 【0012】

##### 【実施例】実施例1

小型アークイオンプレーティング装置を用いて3種のターゲットを用いて本発明例、比較例のコーティングを行いコーティッド超硬エンドミルを試作した。コーティング条件はバイアス電圧300V、反応ガス圧力 $4 \times 10^{-2}$  mbarとした。総膜厚さは2.5 $\mu$ mとしたので、皮膜全体における総層数は各本発明例においては異なるものである。第二の層及び最外層は酸素ガスを間欠に導入することにより成膜した。表1中、特に結晶構造の記載していないAlOはアモルファス構造のものである。

#### 【0013】

##### 【表1】

試料 番号	ターゲット			第一の層	第二の層	最外層
	ターゲット1	ターゲット2	ターゲット3			
本 発 明 例	1	Ti0.3Al0.7	Ti0.7Al0.3	—	TiAl (0.02 NO.98)	—
	2	"	Ti0.6Al0.4	—	"	TiAl (0.02 NO.98)
	3	"	Ti0.5Al0.5	—	"	TiAl (0.02 NO.98)
	4	Ti0.5Al0.5	Ti0.7Al0.3	—	"	TiAl (0.10 NO.90)
	5	"	Ti0.6Al0.4	—	"	TiAl (0.10 NO.90)
	6	"	Ti0.5Al0.5	—	"	TiAl (0.10 NO.90)
	7	"	Ti0.7Al0.3	Al	"	TiAl (0.20 NO.80) AlO
	8	"	Ti0.6Al0.4	Al	"	TiAl (0.50 NO.50) AlO
	9	"	Ti0.5Al0.5	Al	"	TiAl (0.50 NO.50) AlO
比 較 例	10	Ti0.1Al0.9	—	—	—	—
	11	Ti0.9Al0.1	—	—	—	—
	12	Ti0.5Al0.5	Ti0.5Al0.5	—	TiAlN	TiAl (0.60 NO.40)

【0014】次いで、大気中1000℃で30分間酸化テストを行い、酸化層の厚さを測定した。その結果も表2に示す。得られたエンドミルで次の切削条件にて切削テストを行い、折損するまで切削を行った。折損が発生した時点の切削長を表2に併記する。エンドミルは、φ8mmの6枚刃を用いて、被削材SKD11 (HRC6

0)、切削速度40m/min、送り量0.06mm/刃、切り込み量12mm×0.8mm、切削油なし(dry)にて行った。

【0015】

【表2】

試料 番号	酸化層厚さ (nm)	折損切削長 (m)	備考
本 発 明 例	1	100	25.2
	2	82	26.3
	3	68	21.9
	4	69	25.9
	5	92	26.8
	6	86	30.2
	7	0	31.8
	8	0	32.9
	9	0	30.9
比 較 例	10	530	1.8
	11	1820	7.8
	12	76	0.5 初期に皮膜が剥離したため中止

【0016】表2より、まず、耐酸化性に対しては、酸素含有又は酸化物を被覆した試料では第一の層の窒化物層は熱の影響を受けるもののほとんど酸化せず、膜の内側への酸化はほとんど進展しないことが分かった。また、エンドミルによる焼入れした高硬度材の切削において切削熱、こすり摩耗を作用させると、膜の緻密性が保たれるため、耐摩耗性が3～5倍と飛躍的に向上した。

#### 【0017】実施例2

実施例1に示した同一の本発明例、比較例の皮膜を超硬合金ドリル、超硬合金インサートに被覆し、次に示す条件で切削テストを行った。ドリル径は、 $\phi 6\text{mm}$  (JIS P30相当)、被削材SCM440 (焼鈍材)、切

削速度 $100\text{m}/\text{min}$ 、送り量 $0.1\text{mm}/\text{rev}$ 、穴深さ $15\text{mm}$ を穴あけ加工し、3000穴切削後の摩耗量を表2に示す。スローアウェイインサートの場合、 $10\text{m}$ 切削後の逃げ面摩耗量を測定した。インサートの切削諸元は、チップ形状SEE42TN (JIS P40相当)、被削材SKD61 (HRC42)で、巾 $100\text{mm}$ ×長さ $250\text{mm}$ の面取り、切削速度 $150\text{m}/\text{min}$ 、送り量 $0.15\text{mm}/\text{刃}$ 、切込み量 $1.5\text{mm}$ である。その結果も表3に示す。

#### 【0018】

#### 【表3】

試料 番号		ドリル摩耗量 (mm)	インサート摩耗量 (mm)	備考
本 発 明 例	1	0.259	0.156	
	2	0.232	0.163	
	3	0.282	0.182	
	4	0.238	0.173	
	5	0.249	0.169	
	6	0.262	0.175	
	7	0.285	0.156	
	8	0.296	0.154	
	9	0.275	0.149	
比 較 例	10	0.395	0.420	
	11	0.386	0.386	
	12	0.51	0.50	初期に皮膜が剥離したため中止

【0019】表3より明らかなように、本発明例はドリル、インサートでも同様に、優れた工具寿命を示すことが確認された。傾向は、エンドミル、ドリル、インサートともに同様である。

#### 【0020】実施例3

小型アーキオンプレーティング装置を用い、本発明例を被覆した超硬合金エンドミルおよび超硬合金インサートを制作した。最外層の結晶化は $\alpha$ の場合 $790^\circ\text{C}$ の

場合 $680^\circ\text{C}$ の被覆条件にて成膜を行った。本発明例と比較例を、実施例1および実施例2で示した切削条件にて切削評価を行い、その結果を表3に併記した。また、大気中 $1000^\circ\text{C}$ 、2時間保持の条件で酸化テストを行い、形成した酸化層の厚さについても表4に示す。尚、本実施例においても、総膜厚を $2.5\mu\text{m}$ とした。

#### 【0021】

#### 【表4】

試料 番号		第一の層		第二の層		最外層		エント'ミ	インサート	酸化層
		組成	厚さ (nm)	組成	厚さ (nm)	組成	厚さ (nm)	切削長 (μm)	摩耗量 (mm)	厚さ (nm)
本 発 明 例	13	Ti0.6Al0.4N	50	Ti0.4Al0.6 00.05NO.95	10	α AlO	30	35.9	0.086	290
	14	Ti0.6Al0.4N	50	Ti0.4Al0.6 00.05NO.95	10	γ AlO	30	36.9	0.069	380
	15	Ti0.6Al0.4N	50	Ti0.4Al0.6 00.05NO.95	10	AlO	30	29.8	0.075	280
	16	Ti0.6Al0.4N	50	Ti0.4Al0.6 00.05NO.95	10	AlON	30	24.6	0.091	373
	17	Ti0.6Al0.4N	50	Ti0.4Al0.6 00.05NO.95	10	AlCON	30	23.9	0.092	390
	18	Ti0.6Al0.4N	50	Ti0.4Al0.6 00.05NO.95	10	AlON	30	22.8	0.095	420
比 較 例	19	Ti0.5Al0.5N	50	—		—		6.9	0.320	全皮膜 酸化
	20	Ti0.4Al0.6N	50	—		—		6.5	0.289	全皮膜 酸化
	21	Ti0.3Al0.7N	50	—		—		6.8	0.360	全皮膜 酸化

【0022】表4に示す通り、本発明例の多層膜は、より優れた耐酸化性、切削寿命を示すことが明らかである。内部に酸化物皮膜を介在させることにより、耐酸化性、工具寿命はより一層向上することは明らかである。

#### 【0023】実施例4

所定量の第3成分Xを含むTiAlX合金ターゲットを用い、表5に示す本発明例を被覆した超硬合金エンドミ

ルを作成し、実施例1と同一の切削評価ならびに実施例3と同一の酸化テストを行った。それらの結果を表4に併記する。この場合第二の層はfccのAlO(2nm)に統一し最外層はアモルファスAlO層に統一した。

#### 【0024】

#### 【表5】

試料 番号		第一の層		第二の層		最外層		エントリ	酸化層厚さ
		組成	厚さ (nm)	組成	厚さ (nm)	組成	厚さ (nm)	切削長 (m)	(nm)
本 発 明 例	22	Ti0.48Al0.48Si0.04 N	40	<Ti0.4Al0.6> <00.10Nd0.90>	10	Al0	100	33.9	290
	23	Ti0.45Al0.45Si0.10 N	40					32.9	380
	24	Ti0.40Al0.40Si0.20 N	40					28.8	280
	25	Ti0.38Al0.38Si0.24 N	40					26.6	373
	26	Ti0.45Al0.45Nd0.10 N	40					22.9	390
	27	Ti0.40Al0.40Nd0.20 N	40					23.0	420
	28	Ti0.48Al0.48Y 0.04 N	40					31.5	290
	29	Ti0.45Al0.45Y 0.10 N	40					35.9	380
	30	Ti0.40Al0.40Sc0.20 N	40					30.2	280
	31	Ti0.38Al0.38Sc0.24 N	40					25.2	373
比 較 例	32	Ti0.45Al0.45Sm0.10 N	40					24.6	390
	33	Ti0.40Al0.40Sm0.20 N	40					23.8	420
比 較 例	19	Ti0.5Al0.5	N 50	—		—		6.9	全皮膜酸化
	20	Ti0.4Al0.6	N 50	—		—		6.5	全皮膜酸化
	21	Ti0.3Al0.7	N 50	—		—		6.8	全皮膜酸化

【0025】表4より、第3成分が耐酸化性、切削寿命を更に向上させることが明らかである。

【0026】

【発明の効果】本発明は、Al含有量の異なるターゲットと、ガス系より酸素含有量を異なる層とを積層することにより、優れた耐酸化性を備え、かつ、切削工具とし

て用いたときに長寿命な工具として用いられ、特に、Al量を変化させることにより酸素含有量を多くできるため、耐摩耗性と耐熱性が要求される各種工具、すなわち旋削用チップ、エンドミル、ドリル、ブローチなどの切削工具及び耐摩耗性、耐焼付き性の要求される精密塑性加工用工具に適用できる。